⑩日本国特許庁(JP)

10 拌許出願公表

⑩公聚特許公報(A)

 $\Psi 5 - 502734$

❷公表 平成5年(1993)5月13日

@Int.Cl. 5 G 01 N 30/40 識別記号

佇内盤迎番号 8505-2.1

米 監索 来 就 在 卷

子偏審查請求 未謂求

部門(区分) 6(1)

(全 8 頁)

砂脆明の名称 ガス・クロマトグラフィー装置と方法

❷符 駅 平3-517932

● ● 単 平 3 (1991) 9 月27日

森翻訳文提出日 平4(1992)5月26日 ❷国際出屬 PCT/US91/07131

囫園際公園書号 ₩Q92/05850 砂国際公開日 平4(1992)4月16日

優先權主張 @1990年9月28日@米丽(US)@590,174

サックス リチャード **炒**発 引 者

アメリカ合衆園 ミシガン州48163, アン アーバー, グレンダー

ル サークル 525

邻出 随 人 ザーリージエンツ オブーザ ユニバーシティ オブ ミシガ

アメリカ合衆國 ミシガン州48109-1248, アン アーバー。ルー

ム 2354、イースト ジェファーソン 475

Ø代 瑰 人 弁理士 藤本 英夫

動指 定 図

AT(広域特許), BE(広域特許), CA, CH(広域特許), DE(広域特許), DK(広域特許), ES(広域特 許), FR(広域特許), GB(広域特許), GR(広域特許), TT(広域特許), JP, LU(広域特許), NL(広域 粉剂), SE(垃圾特許)

最終頁に続く

禁修構求の範囲

(i) 次の各要素からなるガス・クロマトグラフィー製画。

サンプル供給薬む、

キャリア・ガス侵跡復と、

独集京チャンバーを冷却してサンブルを収集する手型を備えた期間発チャンバ

19メーターまた似もれ以下の長さのグロマトグラフィー分離ルラムと、

サンブルおよびキャリア・ガスを前期各供絡調から諸葛東チャンパーを進し、 その後に誰カラムに通す一番肌の技体コンジット手段と、

蘇熱素素をデンバー内部のは一番目のコンジット手段を急速に加熱して、抜り ングルを気化するヒーチャ制隆と、

食狂ポングと、

ボチャンパーと放えうしとの中部地点で、修ポンプと第一者間のコンジット手 後とを連続するこ番部のコンジット学段と、

謀二書目のコンジット不及を選る近休の埃れを制御する一書目のパルプ手取む、 選チャンパーと終カラムとキャリナ・ガス状態液との中間地点で、空ボンプと は一番目のコンジット手段とを連絡する三番目のコンジット手段と、

三番僧のコンジット手段を達る技体の技れを制御する二番目のベルブ手段と、 **俊一春日と二番目のパルブ半頭をともに関じて、塩俣培護から送られた液体の** 後れが終チャンパーを進り、最初の前方方前に挟わりよ内へと入り、着るいは、 接一番目のパルブが強者開いて、液体の流れ者逆方向にして、超カラムに進して これをパックフラッシュし、または、核二各目のパルプ予数を聞いて、流体中温 れを建方面にして、終カラムと接チャンパーに置して、確たラムから消耗してい ない様チンブルの成分を描きャンパーに関して改めて仮集させることを特徴とす も関係被置さ、

塩w5ょあら皮癬した調サンブルの粧分が存在することを輸出する機能強強。 12) 特許請求の範囲第(1)項に記載のガス・クロマトグラフィー強重において、終 サンブルの域分のすべてが終カラよから溶起しているのではない場合は、彼カラ よ内でのサンブルの分離時に、体制振進度が指一番間のバルブ手段を開き、未得 魔怪分をバックフラッシュし、ガミなきすることを特徴とするガス・クロマミダ ラフィー装置。

- (5) 特許基本の整備製料は視に記載のガス・クロマトグラフィー返費において、減 一番目のパルブ手段が開いていて、晩記パックフラッシュならびにガス強きが行 える状態のときに、紡銭果実チャンパーを冷破し、塩サンブルを収集することを 特別とするガス・クロマトグラフィー観光。
- 49、各外別求の範囲無値度に記載のガス・クロマトグラフェー整置において、路 サンブルの成分のすべてが終メラムから経難しているのではない場合は降倒御手 設で第三のバルブ手段を開き、は熱気原チャンパーを作却して、未格療機分を眩 めて心臓することを特徴とするガス・クロマでグラフィー拡進。
- (b) 特許論なの範囲感知項に陀敷のガス・クロマトグラフィー整置において、数 柳鷸装置が、雌二番僧のバルブ手段を閉じ、眩未縁難成分を蘇カラよへと飲めて たる也をせることも特徴とするガス・クロマトブラフィー装置。
- ⑥ 特許数字の範囲部()機に影響のガス・クロマトグラフィー監査において、酸 おう上の長さが約2メーターであるガス・クロマトダラフィー装置。
- ① 次の各型製からなるガス・タワマトグラフィー装置。
- サンブル鉄装置と、
- **ウェリフ・ガス以給風之**、

熱量数チャンバーを指揮してサンブルを収集する予議を構えた熱無原チャンパ

10メーターをたなぞれ似下の長さのタロマトグラフィー分離カラムと、

サンブルおよびキャリナ・オスを前回各項輪弾から称葉原チャンパーを選し、 その後に終カラムに着す一番目の液体コンジャル手段と、

鉄熱類果チャンパー内部の第一番目のコンジット手段を急速に駆然して、数サ ンプルを気化するヒーター開路と、

食圧ポンプと、

選チャンバーと訪カテムとの中間性点で、鉱まンプと第一番器のコンジャを手 現る必連続する二番目のコンジット手段を、

故二番目のコンジット手段を退る技体の流れを開題するパルプ手段と、

算パルブ事品を作動させ、最初の流れ方向においては、説パルブ手段を謂じて、 **数テンプルと数キャのア・ガスとを指示者目のコンジット手段に通し、認由テム** の人口強へ立述りこんで、分離させ、バックフラッシュならびに再選集技能では、 **はバルブ手段を聞いて、誰からムから常難していない誰ランブルの求分を依チャ** ンパーに戻して改めて収集し、そして能オラムへ改めて吐き出させることを輸電 とする類類装置と、

兼カラムから消費した終サンブルの旅分が存在することを検出する検閲装置。 (8) 特許前束の親囚罪(不見に記憶のガス・タロマトグラフィー装置において、) サンブルの様分のすべてが終カラムから搭属しているのではない場合は猛烈制を 段ではパルプ引度を聞き、は熱気束チャンバーを冷却して、泉味和成分を改めて 収集することを特徴とするガス・クロマトダラフィー設置。

|9|| 特許消水の範囲集的機に記載のガス・タロマトグラフィー装置において、弦 **削御手段で値パルブ多段を関じ、砂チャンパーに戻された未体製成会を装カラム** に改めて残る出させることを特殊とするガス・クロマトグラフィー製画。

10) 特許海水の絶野薬(7)現に起数のガス・クロマトグラフィー装置において、液 オラムが最さ約でメーターであることを特徴とするメス・グロマッグラフィー姿

60 次の手切からなるガス・クロマトグラフィーによる実験を行う方法。

サンブル供給機とホッリア・ガス鉄鉛面も設け、

サンプルを点却してこれを収集し、かつ、歯ランプルを知禁してこれを開発す る不改を消えた熱疾来チャンバーを扱い、

ガス・クロマトダラフィー会解力ラムを設け、

前紀発生機、超チャンパーならびに抜カラムと運路するコンジット手段を繋け、 毎発生薬と効果来チャンパーとの中間治点で能コンジット手段と連結をれた食 圧ポングを設け、

該サンプルが該カラムから海難されたとさにその既分が存在することを検出す る除出装置を飛げ、

核チャンパーを冷却して核サンプルモ収集時に、軽サンブルが個界分離時、又 はその何に離りる人から溶理する広分と原理界時間進に根離する最分とも含んで

转表平5-502734(2)

なる場合に、眩サンブルを眩をランパーに送りこみ。

抜サンプルを気化しそして施サンブルを導メラム内へ往入し、

前覚恩等時間に名ると、体負圧ポンプに構みうたから領サンプルと後キャリア・ ガスを吸引させ、時間界幹部後に消費する物度分を超チャンバーに引き込ませ、

結膜乳時間後に溶影する症分が除チャンパーに取めて収集されるよう数チャン パーを選択する。

(数) 特許研ぶの範囲部側機に記載のガス・グロマトグラフィーによる実験を行う 方法において、課題界時間が大きな構造時間の扱いピークが顕検出処置によって - 軽減される時間内の時間であり、また、この方法により、減ビータを作りだした 成分の少なくとも一部が接カラルから溶解し、乾って、様チャンパーに異される 表演動成分から分割され、腹条をなビークに重なったビータを布置させた他の氏 分の存在を検出させることを特徴とする実験方法。

翰 作計論数の範囲振蹈項に記載のだス・クロットグラフィーによる実験を行う 当後において、第サンプルを現化し、韓食団ポンプに譲サンプルを吸引をせる事 **城と、移チェンバーを介部する手順とも一度以上推定し、施力さな特徴時間の長** いピークを発生させた収分の構定を降めることを特定とする実現方法。

ガス・タウマをグラフィー装置と方法

本件は、1990年9月28日提出の以間特許額02/580174(発明の 名称:ガス・クロマトグラフィー接置と方体)の対益を要求する国際出版である。 発制の分野

本発明は、ガス・クロマトグラフィー法の選集、裏行の集飲を、ならびに正確 さも若わるガス・クロマトグラフィー装置も方法に関する。

を取の事業と更勢

ガス・クロマトグラフィーは、原発性の複雑、無機化合物からなる複雑な混合 物を分離、分析するため広く接頭されている方法である。この進合物は、移動板 気体による、吸収剤の入ったカラムから複合物を控制してその単分に分離される。 ガス・グロマトグラフィー連は、気ー液グロマをグラフィーと気一筋ジロマト グラフィーとに大野することができる。気=彼りロマルグラフィーは、現在、量 も広く採用された万块で、不鳴性な支持構造、一般的にはキャピラリー・チェー プに違い層状に眩厥された不理急性の酸状染着剤が入っている。キャリア・ガス と取される各動相気体がクロマトグラフィー・スラムを通って使れる。以料は、 移動機である気体と破暑前に分離し、脳科威分の分離係数または特解度によって 脱わる楽堂でガラムを通って移動する。曹杖のガラスあるいはステンレス劇製の キャピラリー・チェーブなど、各種のカラムが使用されている。使用上は、武料 は、移動キャリア・ガス強の中にあるキャビグリー・チェーブガスカラムの人口 準に引き込まれる。サンアルを構成する成分は、おうよに持って分離され、試料 成分の性質によって変わる関係と機械でカラムの出口から逃げる。カラムの出口 にある検出器、研えば、伝統検定器あるいは水素幾イテン化機構器(F「D」は、 試料成分がわればこれに変応する。『「D内の溶離物質が無効すると、準定した 相が大安内に形成される。火災の暴動はバイブスをれたイオン検出器を介して監 残され、この捨出暴は、つながもメンクトロュリス発電とともに、他心器の出力 の時間と大きさの職品をトレースする。後輩を流き物のトレースには、独さの連 う多数のピークが認められる。試料の個々の成分がそれぞれの困労の時間でピー

タに通し、その大きさは、それぞれの遺席の関数であるから、このクロットグラ ムの評価を通して、多くの類似が得られる。

上記の種類のガス・クロマトグラフィー整理は、今日性く用いられている。境 在の報道は優れた技能、利便性を構えてはいるけれども、本発度は、この方法を 最適化し、さらにその収解性を高めることを目的としたものである。

現在使用されているガス・グロマトグラフィー装置とその方法は、一緒前のラ ンプルの分析を終えるのにかなりの分析時間を要する場合が少なくない。こうし た特別上の条件はいくつかの家屋から地形る。長いカラエ(剣夫ば、10mぱと) も狭用しているため、対象物質がカラム全体を検討するのに必要な時間が長しな る。また、従来からカラムの星さを長くする必要があるのである。それは、ラン アルがカテムの人口切では、高悪度の物質プラグとしては最終されず、かなりの 時間をかけて取り込まれるからである。マンブルが環境の高いブラグの影で取り いむことができない場合分離された場合物の学塾図のない意味の印刷立地大会議 るには、は料か分離カラとに沿ってかなりの距離を進ませなければ、は料の部分 がネラムに取り込まれる時間に数がでることから思力に行れが生じるのが重ける れないからである。さらに、一部の状料にとって、発生な分離のプロセスは、分 権なうるに指って非常に破機に移動する比較的構成の高い成分が存在するために 大幅に高まる。この方法から禁まれる監察な情報はすべて、対象のピークがクロ マトグラムに記録されるから比較的培料間内に得るれるけれども、これらの決点 の悪い穀分は物のサンブルが取り込まれるまでカチムから減難する心影がある。

従来のガス・クロマトグラフィー生には、さらに時間的解的がある。すなわち、 バッグフラッシュ・プロセスがそれである。分離に続いて、分離中に保料が進む 方向と推の方向に進む後状の視れを与えることでよってオチムをバックフラッシ ュすることが必要となるのが過常である。この方法は、鉄密しているおそれのあ る訳料は分の入ったせきムを消染にし、このカチムを荷敷も使用できるようにす る。カラムをパージするのに必要なパッチフラッシュの呼吸はその長さの挙方の 間数であるから、長いカラム・ポス・クロマトグラフィー製作は、ガス・カロマ レグラフィーの実験者おこなうのに相当の時間を置するわけである。

経来の実施を使用した場合のガス・クロットグラフィーの実験をおこだう上で

特表平5-502734 (3)

の上記の時間的削許から、プロセス制鋼性や統計的に三級品質保証情報を得るため大者のデータ・ランプルを収集するなどの用途での利達性が削納される。

本発明はよるガス・クロマもグラフィー装置ならびにその方法は、ガス・クロマトグラフィーでの解領をおこなりのに必要な時間を光幅に反映する。こうした 評価時間の傾縮は、数々の豊因によるものである。まず、本発明のガス・クロマトグラフは、止眩的起い異さ、例えば、〔0メーダー以内、望ましくは何2メーターのカムを使用していることである。あらに、海海重選ナッンパーが用いられ、それによりサンブルが断体情報を使用して気化して、サンブルが高速減の強いブラグとしてカラムの人口並に住入できるように関っているからである。この環境の高いランブル・ブラグは、短いカラムを使用すると反称に、評価いく分類能が与えられる。

まらに、本無明は良圧ポンプを使って、対象虚合物の(他の成分に対して)原 い逆型の成分とカラムから複数した様、カラムを通る旋伸の変れの方向を逆にす るパックフラッシュな理を指う込んで分析時間を短縮する。 従って、カラムに特 って長間延を進まなかった素清化物質は、足板的遅い時間で、パックフラッシュ してガス後きすることができる。 このパックフラッシュ 低作は、 長い かラムを後 助した場合に必要とするパックフラッシュ 決を襲動するための圧縮する発生減を 傾削しなくても進方向に介種カラムを選って液体を引き込む気要ポンプを使って センガー

本角別によりガス・のロマトグラフィー性による評価のもう一つの最近化は、 一部のランブルに高度度の幅が広くなったビータで、夏台物中の程度による長い 「ラール」を消えたビージの変われたグロマトグラムが得られるという事実に関 係するものであるから、これを「溶媒ピーグ」と埋除する。 均低のピークあるい は福祉のピークのラールに陥って溶解する不純強は、密数のピークと比較して比 般的時間が強く、大きさも小さいために完全に不容病となる場合がある。 従って、 かなりのデータが不疑明となる場合がある。

現在、上前の本様があることが原因のデータの不計明さの問題を回避する伝置 が知られている。例えば、単独値のカラムを使ったいわゆるハートキッチイング 法が使用されている。しかし、この方法は、必要なギス・クロマトグラフェー覧 置がいたすらに確認となり、一段と多くの制物界入力が必要となり、詳細を行う のにな資本特別が火傷に長くなる。

本売別によれば、ガス・クロマナグラフィー数置は、高機能の経球成分を浮離した場所において、ただし、管話のビークに軽く対象放分がカラムから搭離するこでに、たちょを違る流れの方向を運能させることのできる絵画の要素を達して捉れの方向を開催する装置があっている。この対象成分は、反対方向に、カラムを達して運送して、冷却無異和運向へと入り、そこで、冷却によりもう一度無異を亡てから、高速に即乗され再びかり上に住入される。これらの物質は可能はいビークに達する原因となる高機変物質の少なくとも一部が入っていないから、対象となる発のの必分が次の分解プロセスで変勢に決定される。多要の環境を除去するためのこの気の理能とサンブルの感や解析した(規模をある)は大きい、持続は初りないビークを作みにする他の数では、「複数質ある」には大きい、持続は初りないビークを作みにするのであってある。

上児以外の本範可の程序、利益は、能付の協画と合わせて、以下の好ましい変 発質と遂付の特許技术の範囲の提列から、本要項の解析する分表者には努力かと のまる。

関節の簡単な説明

額」は、本発明におもおス・クロマトグラフィー被害の絵図面である。

■2(a)から2(c)は、一連のナロマモグラムである。■2(u)は、流れの方向を逆転セポに海軍の完全なクロマトグラムであり、回2(u)はバッチフラッシュ・セード開始数のクロマトグラム、同2(c)は冷却衰空構成出で収集後の残留物を再撲位人士るクロマトグラムである。

面3は、各種経路の種類の商品を示し、サンブルの国際批学と各種バックフラッシュ時間の関係とを挙す。

図4(3)~4(6)では、学門閣4(8)から4(6)は一連のクロマトグラムで、各バックフラッシュ時間の初期特性と再注入評定を示し、図4(4)では、拡大した時間スケールでログロマトグラムで、図4(4)~4(6)までのパックフラッシュ時間を示し、図4(1)は、対象とするピークを拡大し、重ねみわせたグロマトグラムである。

図5(a)~5(c)は、磁5(a)で、対象環合物の完全なクセマトグラム そ、図5(b)で、溶鉄の一筋クロマトグラムを、また、図5(c)で、さまざまのパックフラッシュ・サイシルの部分的、拡大クロマトグラムを示す。

図6(a)~6(d) は、図6(a)で、対象混合物の部当的クロマドグラムを、図6(b)で、図6(a)の基合物の充金なクワマドグラムであって、高線点成分につかもののピークを示したものを、また、図6(c)で、バックブラッシュの類辨した場合の代状混合物のクロマドグラムを、たちに、図6(d)では、バックブラッシュ動作による連続リンプルの一選のクロマドグラムをそれぞれ示す。

別では、水発明の容量性故障とエター目離の電気的展別である。

鬼羽の祥和な説明

翻しな、水発物のガス・クロマトグラフィー装置の姜本様似の絵画道で、これ あり自みせる。同国に成るように、本装置は、サンブルを気とキャラブ・ガス鉄 斡告第12を内蔵し、キャリア・ポス併助領債12は、試料サンプルを引き込む 手最であると同時に、窒素、水素状たはヘリウムなどのキャリア・ゴス学院始譲 運を振ねる。供給装置12は、延冲した金銭製のキャピラリー・チェーブー4と 雅林で連絡しており、このキャピラリー・チューブミュは、気体の引送今日およ び出口との接続部とさおよび10を測えた存むチャンパー15の内部に配款され ている。気体の建物別18および20は、電景などの仮道の気体を治浄チャンパ ーに頂し、会演製のキャビラリー・チェーブしょとテューブの中型のニア頭の内 数約の福祉な赤辺を引き起こす。赤獅チャンパー(ちは、ガス・クロマトグラフ ィーの存伍のため、試料の小さい小型のブラグを作る過程である熱馬京局の作却 キャピラリー・チェーブ | すに状肌をれている。ヒーター回路22は後会印24 ともらで金銭製キャピラリー・チューブしょと接続されている。ヒーサー尿器? 2は、移着性眩暈(こむ)電源が盛り込まれていることが望ましく。この電源で、 上数的高い電流スパイケが振台駅2 4 と2 8 Φ間の金属製キャピラリー・チェー プーすを追還し、キャピラリー・チューブの極めて高速の和熱をきたす。このも ーチー関準22で100、00日で/砂の温度上昇率が終られた。後で舒建する か、この垣跡で、サンブルの変化によらりロマトグラフィー・カラムま2への注

人される解釋「ブラグ」ができる。

セーチー回路22の辞報を関すに発す。して回路して、一して。はそれぞれ、 並列に破壊した約1000mFの一約のコンテンタを埋滅し、各並列に維持した コンデンテモ、とC。は、107mHのインデジターしと復列に接続されている。 して、~して。は、許確図のして。と同一である。普薩人力確学AおよびBの両 満に約10-10日ボルトのDで電路が可加され、もC回旋して、~して、のを れぞれのコンゲンサービ、とC。に元常する。程識の入力保護のためディオード D、が設けてある、電流がまず投入され、して回路して、~して、が完全に表生 電の景度から光電される場合に、電源からの電流を制度しやすいように程度で、 が続けてある、電流がまず投入され、して回路して、~して、が完全に表生 電の景度から光電される場合に、電源からの電流を制度しやすいように程度で、 が続けてある、電流がよびよりで、とて、大きの間に設けるれている。

図1の回路には、さらに、成電制機のためのサブ回路でもが続けてあり、した 到路して、「して、内の各コンデンケー対の放理を削削しつつ可能とするように なしてある。この成電削減回路14には、二指式機能器下1、3つの3CR 3 、1、3、、5、が配してある。16で印度された減い、正の、切り着人可能なト リが電圧は、SCRS」「5、それぞれも意実特別パイテス(すなわち、オープン)状態に成身し、変電電便を整視するため延減限、が取りてある。金属要ホャ ビラリー・チェーブ14の気荷は、消子におよび口に腹機されている。

動作時は、して、一して、少、充電人力編子内およびBの西海の電圧で充電され、正常特温バイクスま。によら充電状態に依持されている。食物機子とおよびDの両者で無い電波バルスが必要を占住、15で電のトリガ環圧を取り除る(すなたち、オフにする)、3cRの3..3..3.たでれぞれ順方向にバイソスが必かるようにする。これで、して関路して:一して、のそれぞれの内部のコンデンウ河は、それぞれのインデクターし、~3.そして、食何関子でおよびこの個を複雑された食物を通して診覚する。故障中は、変圧等す。でできた環接は、銀行向にバイアスされた5CB.3.3.を患って遅れ、まらに、食何を通って変れる。3尺.3.:と違って変れる確認は、低ので小さい「行政で変れる」の、これは、して回路内のコンデンチーの完全な放電が行われた原発である。これは、して回路内のコンデンチーの完全な放電が行われた原発である。これは、して回路内のコンデンチーの完全な放電が行われた原発である。これは、して回路内のコンデンチーの完全な放電が行われな原発である。これは、して回路内のコンデンチーの完全な放電が行われな原発である。これは、して回路内のコンデンチーの完全な放電が行われた原発である。これは、して回路内のコンデンチーの完全な放電が行われた原発である。これは、この目的に対しています。

継続兄+ は、光電人力増予よおよび6に加かったものと同じ業性を示すものと 理解される。従って、故意がおこまわれると、凡: の限後の電波高を監護すれば これを監視できる。抵抗凡: , R. は、冷概電流を陶器する不良となる。凡: , 凡: , R. を使って、それぞれな。, S. , S. のトリガに加わる電流を制消する。

平発列の主は特徴により、ポス・クロフトグラウィー設置10には、クロマトグラウィー・カリム32とキャビラリー・チューブと4を通る機体の低れの方向を根別する目的で、魚圧ポンプ30が組み込んである。丁字族域を名により、魚圧ポンプ30は、サンブルを上記機能製置12と沖却ティンパー16の間をコンジット38を介してキュビラリー・チューブ14に複談されている。国際に、フンジット88は、冷却チャンパー16ともありまるとの間のある圏所で負圧ポンプ30とキャビラリー・チェーブ14とも連絡している。コンジェト36およびにパルヴ・フセンブリ38と6のが設けてある。パルブ・フセンブリ38とものが設けてある。パルブ・フセンブリ38とものが設けてある。パルブ・フセンブリ38とものが設けてある。パンノイド外は、空気)からマイクロニューマチックの間許には体を選れたの発生類(例えば、空気)からマイクロニューマチックのは下には、空気が到する。この凹間にあたって、サイエンディフェック・ピラス・エンデェマリング社群の型式場合人3883のポンーオファイクロニューフチックをありまくだかしている。

図しに韓國で示したカテようなは、比較的能い分類カラエで議成され、本業研の望ましい家職制では、長さなメーター種間であろうが、ただし、10メーターを思えることはない。 東明音は、治融石道ボテス製のカラムで、直径0. 25mmのものを使用した。カラよる2は、温度制御ボャンペー (関示さず! 別に配し

转表平5-502734 (4)

て、分類領属はサンプルの分類単単に強く影響するので、これを正確に利用できるよう知っている。検出装置33は、各種の検出異なりから神故することが用始であるが、水変光イナン化検出装置(PID)が望ましい。さらに、図1は、パルブ・サモンブリ36、40、ヒーター回路22の増介を制備し、検出料33からの出力を受け取って分析するコンピューター42の使用例を示している。

ガス・クロマトグラフィー製造10の基本動作は、まず、パルプ・アセンブリ 38840そ前位置に設定して始まる。キャリア・ガス、例えば、蓄景は、キャ ピラリー・チェーブともも迫って流れる。このポスの混れば、金瓢製のキャピラ リー・チューブしょを通り、さらは、カラム32と推出製33を迫る。気化され た状態のサンプルは、キャリア・ガスと混合される。冷却チャンパーしるは、私 看没体をボーネ! 8 と 2 D に流して冷却する。右切チェンパー 1 F 内的の会業型 キャピラリー・チェーブトミは、甘道、コイル状をなして、冷却チャンパー16 内の新遊機塊は最高された比較的火きい表面積を隠している。比較は、チェーブ し4内部を連絡し、チェーフト4の発面に固管している。この動作を「始約値型」 という。例えば2無間のサンプル収集開稿が接通すると、金属製モッピラリー チョープリイは、使用の短時間のスパイクを含する事品性投資エネルギー設議員 路を組み込んだヒーター国路21からの電塩パルスによりすばやし加筋される。 ヒーター回路22からの電圧スパイクは、低砂約100、000七/他の速度で 金属製キャピラリー・チェーブ14の温度も上昇させることが可能である。この 加熱の枯葉、サンブルの急遽な高気化で、サンブルの意気ブラグが発出し、これ は次に、キャリア・ガス度でガス・クロマとグラフィーによる分離のためチャビ ラリー・カラム32の中に投入される。キャピラリー・チューブ14の放熱速度 - は警告性投資と一ター回路22により短めて高くせるため、サンプルは、非常に 後いプラグ状にカラム33の入口に注入され、これで、出力の分辨館が高する。 **胚胎的少量のサンブルの場合、拡大参加は5~10mmmの範囲となろう。**

さて、ここで図えも見ると、本条別の動作モードの一種を創糸するため、ボス・クロマトグラフィー装置 | 引の作動性権と合わせて近来の装置の動作が説明して ある。図で(ヵ)に示ぎクロマトグラとは、高純波のインオクタンのも、8ナノ リットルの振見注入で終られたクロマトグラとの機である。ペンタン(A)。へ

キナン(も)、ペンピン(C)、ローボタダン(B)、ローキンレン(B)、ローキンレン(B) おおびノテン(G) それぞれの場合で突出帯域(スパイク)が示してもり、それぞれ対応する文字で示したビークをなしている。物質は、無割に、治却チャンパー 1 8 内で約 1 6 0 での高度まで本加支票される。暦2 のトレースは、川。 世頃用した場合の平均的なキャリア・メスの後退約1 0 cm / cで 1、0 メーターのカカエを使用した場合を示す。因2 (3) に示すように、非点に及配的を確認のビータが示され、これを終題番号4 3 ごうち、婚妻のピーク 4 8 のチール朝すなわち下の創紀に、人からG割での文字で示したスパイク技能なした不能ピークのうち数性が観察される。以下の規則が可引かなように、消滅ビークの 4 B は、指の対象に一々に食わらわるれ、消器ビータのそれと比べて確定と行為時間が比較的いたく、かつ、給いため、かなり不能明である。

本発明の主要部分により、「パックフラッシュと再選集」と称する動作がおよ なわれ、これを他して、カラム33と会馬型のキャピラリー・チェーブ [4を地 る液体の流れの方向を正常に開催すれば主要な不証明なビークが回復される。食 正ポンプもなか動作中ペルプ・アセンブリるもを聞くことにより、タンブルがカ ラム32に注入された値パックフラッシュ・モードが始まる。このマラムの内部 で、チャリア・ガスが冷却チャンパー18とカラム32を適る壁のキャピクリー・ チェーブ14を煮るキャリア・ガスの核れの方向は、遅になる。クロマトクラム 2 15) では、彼れの方向が、ランブルがカラム3~に往入されて1~秒後に逆 になった場合の検出器の出力が絶滅されている。映出器の信号は、現れの方向が 逆になると急遽にゼロへと覆ちる。図2(b)に見られるビータA、B、Cと4 8は、カテレから連擇された成分から得られたものであるから、これらの分離し た影響は、閃ま(e)に示すビーク D. R. F. Cをはず残る成分から禁むされ る。11秒の終点でカラム32から溶離されたこれらの物質は、カラムを通して 冷却チャンパー!6の中へと進方時に引かれる。この終点で、ヒーター回路22 による電波は、もはやキャピラリー・チェーブ14が冷却をキンパー15円部の 高道が確により高温冷却できるようには流れていない。

流れの方針は冷却チャンバー16を覆って告から立へと逆になっているから。 は四の残りの収分は、再び補強されて、冷却チャンバー16の四部でもう一業員 集される。例よは、3分間のこの彼れの運転に続いて、バルブ38は、高び、開じて、キャリア・ガスが爆束の置から近へ成れるようにすることができる。その後、ヒーター日路32により別の電流パルスが発生して、優割変別成分があび、北される。多変の噂似が置された混合動から辞者されているから、いままで次付かなかった。あるいは不振明であった対象のビークが図2(c)に示すように改われる。特に、図2(a)にはとんど理りれたようになっていたビーク50と、2が関2(c)に表われる。図2(a)をもつ一度詳しく調べてみると、かなう不能明ではあるけれども、ビーク50、52があることが確認でする。特に、ビーク80は、評価ビーク上に小さいショルデー以に変われ、図2(1)ではたとなばばによる。特に、とんと酸性できない。近3で、この便知モードは、程度ビーク上またはその延ばに成功われる混合的成分を、億期に浮起されからな成分と同じ方法で評価することがである。

本程所のパックプラッシェと環構要性は、液体の流れの方向の異化が関係する けれども、比較的短いカラエ、例えば、長さとアーターのエテムと合わせて使用 すると大幅に分析時期に解唆することはない。

図3は、ノテン(人)。 ○ → キシレン(島)、 ▶ ーキシレン(の)、メクタン(力)などの各種溶剤特別の関係を示す。同梱では、サンゴルの関収対率と各種パックフラッシュ時間との関係を示す。固示されたように、5 様のバッグフラッシュ時間から、評価された試料をれぞれについて降かて高いサンブル回収制が発証される。ノテン(人)などの一部物質の場合、わずか2 秒のパッグフラッシュ
行詞で、この物質の15パーセン(以上を収益することができる。気圧作動式パックフラッシュ整賞の場合、表質パックフラッシュ時間は、カラムの最もの平方で規定されるから、本発明の約2メーターの順尺カラムの採用は、大き4利点とする

図4の連続するクラマトグラムは、パックフラッシュ、共構無性軟を一ドでパックフラッシュが始まる特別に近した装置しむの出力を示す。図4(4) - (4) のトレースは、近1950年のフェーキンレン中に0、20パーセントのカーキシレンも0、195位入した場合の数種の確認を続い戻すためのパックフラッシュ、新価値、再在人のシーケンスを示す。長さ2、0メーターのカラムを使って、1

铸赛平5-502734 (5)

00 にゅどかのキャリア・ガス適度で、これらの散幅を求めた。クロマトグラム4 (*)、(b)、(c)、(d)は、それぞれ、近入開始時間が9、j01、9、301、301、それぞれ、近入開始時間が9、j01、9、301、301、201でしてき、101のだとも時期のからある。これらのパックフラッシュ開始時間は、図4 (c)の核大した時期の並し込み傾中上下の矢町で指定してあるから、当らに容器に確認できる。また、図6(4)は、パックフラッシュ始かのない場合の高端のナールのローキシレンのピーク程54も合わせて示す。図4 12 かっち (d)のパックブラッシュ特別をれぞれに、2歳のグロマトグラムが示してある。返回のクロマトグラムは、ドト033で検出した場所の洗い液(の序に行んものである。図4 (31)からな (d)のドトの作为のな知识の立ち下がり様は、気体の洗れの方所が光低した時間と対応する。図4 (31)からな (d)のアックフラッシュ制度中に再び出め収入された頻繁物を反映えないまた。 例40のパックフラッシュ制度中に再び出め収入された頻繁物を反映えないではたらのである。模型存储のとつくのでは、その序様の除去量が大きくなるために、パックフラッシュ制度中に対しませ、40時様の除去量が大きくなるために、パックフラッシュ制度中間が改めまる後と、3度度に小さくなる。

図4(1)は、図4(a)から4(d)に別比する4階のパックフラッシュ時間についてカーキシレンのピーク(3 6)近傍朝坂の林智な比性である。ピークをの軸はをらに恋いが、これは、パタフラッシュがおこなわれていない場合を示す。ここで注着すべきは、図4(f)の曲琴と中にある。ーキシレンのピーク5 4は、さのたに重なった海球のピークの幅が広いため、完全にはけていることである。また、これのの図から何つかなように、図6(c)から(d)までに来す。 昼いパックフラッシュ時間は、遅遅の除去が禁まっていることによるのは、この扱いパックフラッシュ時間は、遅遅の除去が禁まっていることによるののである。図4(f)は、さらに、パッタフラッシュ時間が遅れると、停備の除金量が構え、それに吹ってテールが小を() ほって、ケースDの場合図4「1)に応すビーク3 6 は、比較的小さな棒塔ケール過度を見てることがわかる。

本発現によれば、選媒の除主率を連続して高めるため製理が複数のバックフラッショを行い、あるいは、試料内部の成分を発生をせる触の大きなピータをつく り出させることも可能である。図5 (a) は、別の双分と併せ、トルエンのピー クムと2フルオロトルエンのピーク8分分入だ准合物を示すがロコッグラムであ

る。このグロマトグラムの場合各域分的 0、51mLずつが存在した。配ろ(b) のクロットグラムは、拡大した時間スケールでは、サンブルの火きさがトルエン 中におずかり、2パーセントの3~ブルオロトルエンしか合有していない混合物 になよばが影響を示す。図5(7)中のトレース、6、6、4、4とでは、5。 Tol. 11, 4 ml. 17, 4 ml. 22. 8 pl. 28. 5 mlのナンブル 登にそれぞれ対応するものである。関う(b)では、2-フルギロトルエンのビ 一ク3は、うんと幅の低いトルエンのビークスのテール鍋に小さなシェルダー状 **を望して思われる。因に杀すように、この絶世の大幅な違いにも抑らず、説道し** ハッタフラッシュ動作を設返し行うことにより、大きなトルエンのピータ人の影 要をはば熱敵することが可能である。謎も(も)から切らかなように、テンプル のサイズから、7から12。まっしに増えると、2ーツルキコトルエンの量が増 えて、ピークの形状がいっそう世界になる。選5(6)で注意すべきは、2-フ ルまじトルエンのピーク氏は、サンブルのティスが大きくなると、保存を開かよ り退くなることだある。刻を(c)のクロマトグラムは、テレース62中に、比 数のためバックブラッシェを映用していない状態を示す。トレースをとっる目に ついては、モーブルオロミルエンの80パーツ/ミリオンのろがモルエン講媒の にあらわれた。トレース64様、8-フルナロトルエンロピーグが不延続なまま の一周のパックフラッシュ動作を示す。トレース66は、2ーフルよりトルエン のピークロが見える状態になり始める二回書のパックフラッシェ動作を示す。最 後に、トレース69世末す3回のパックフラッシュで、2・フルオフトルエンの ロークロモトルエンのピータAがよるは、明瞭に見えるようになり、図3(x) に示す同じ過度の場合のモレースよりも優れている。

カス・クロフトグラフィー販売 | 0 の以上展明した動作は、サンプルがカラム
3 2 には入きれて以鉄道当本特闘でパルブ・グセンブリー3 8 毛作動させるコン ビューター 4 2 の潜作により行われる。比較的定置のサンブルを装進しサ折する ため、バックフラッシュ時間は、あらかな光監理とれた監視に設定でき、オペン ーターが介入しなくても製置をプロセス制御あるいはプロセスの設計収集技術のため自動化することができる。

上級の説明からさらに明らかなように、この整置のパッグフラッシュと英細胞

動作モードは、パルブ・フセンブリー 4 0 (その機能については提送) を使用していない。 近って、パッタフラッシュと再業型モードのみをおこなう本先別の実施例では、パルブ・フォンブリー 4 0 とそれが接続される再質は、まったく苦いても思い。

さてまたここで知りに戻って、《四切集と再は入を休わずに》「ハッタフラッシュ」と呼ぶ動作モードについて説明する。この動作モードは、テンブルが染血を)6内に収集される速率のプロセスで始まり、低って、テンブルは入るよう2位に入るれて、実体が左から右に向かってこれるの態素間力を通って流れる(図 1 を限)。カラム32のペッタフランシュを含むすためには、ポンブ30が作動中は、パルブ31は耐したままであり、一方、パルブ41は脱収をにある。更圧ポンブ30でできた支圧の性隔で、流体の温度の現れ方向でキャドラリー・チェーブ114で流れることができる。しかし、オラムま2を進る実施に、正方向すなわち右から走である。この連方側の混れの最初に、具体的なお話にプロセスでは対象とはならないような混合物の誘流のより表れに発が、カラム32か高端形式ので移れなくでもカラムが高端のよりな情報ではストタロマトグラフィー法を決定に付きところにある。

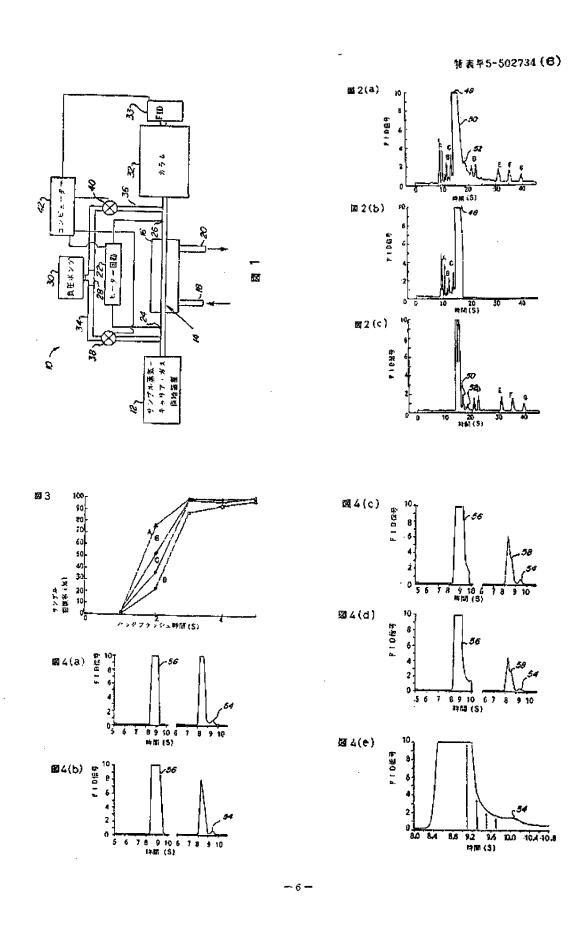
ペッタフラッシェ動作を図ら(と)からら(d)に圏糸する。際ら(a)は、比較的複雑性の指対から構成される9つの成分混合物を示す離大した時間スケールでブロットしたものである。ここに示すビークは、図ら(a)では消空ルへしさする。図ら(b)は、比大した時間スケールで同じクロマトグラエを示す。図述のり種の吸分の使に及る清点の高い残割物が多男に、おおされ、ビークリカムびドのビークができる。このビークは、毛顔時間)2号、2号かはそれぞれ対応する。既述のように、ピークリカムでドが対象とならない、対応が数据となら、その確衡を行つことは、クロマトグミフィー性を製作する定性を制度することになる。ピークラととは、クロマトグミフィー性を製作する定性を制度することになる。ピークラととは、クロマトグミフィー性を製作するながあるがあるがあるとなる。ピークラととなずにピークスー」を消費した検測のサンファルを記載注入するだけでは、うまくない。

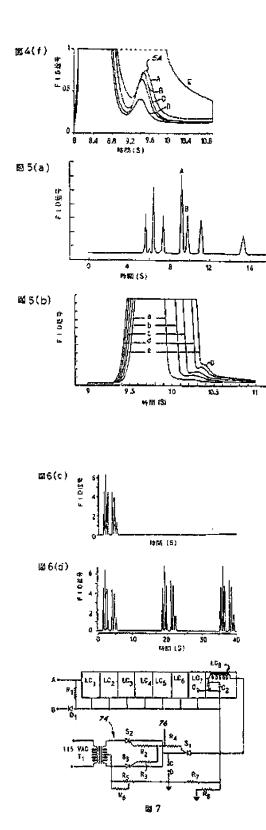
図6 (c) のドロナトグラムは、サンブル投入よりも砂像に5秒節の操作が始まったときに動作を示す。鴻八の第50般分 J ぐ K 定況全に発伏される。図6 (d)

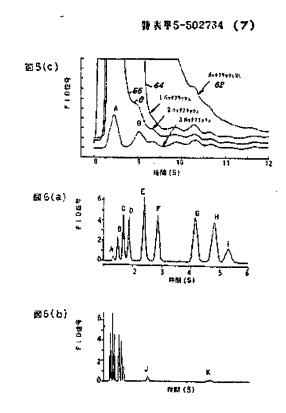
は、図6(2)に示すのと同じ組合物の引機の反似タのマトデラムである。このクロマトデラムの場合、サンツル性人よりら対象ならの間の選件が始まった。図6(4)から納らかなように、図6(4)で乗すように滞留中の制造な出分で2 近の完全なクロマンデラムを作るのに必要なより若干長ののくりが途に以上の3 油の完全なクロマンデラムを作るのに必要なより若干長ののくりが途に以上の3

パルグも0を話にしておうも32をパックフラッショしている間、金属キャビラリー・テューブ1も内の流れは、ノーマル、な波れ方向にある。従って、パックフラッショが行われている間、チャンパー16の冷却により次のサンブルが収集され、そして熱的に展現される。

高程が大適によりかうよ32の出口場から飲れを扱い出す手間もなく、本発的によるパックフラッシュ動性がおこれわれる。むしろ、液体の致れを進いやる促力は、大気圧にまからって作動するポンプ20で生じた気圧だけである。負症によるパックフラッシュは、カラムの最もが長い場合は実際上無限である。負症によるパックフラッシュは、カラムの最近によるパックフラッシュは、比較的短いパックフラッシュ時間で十分に機能する。パックフラッシュ時間はカラムの長さの平力の関数であるから、カラムの長さが瓜が接近は、本種明の上記の現場では、毎日駅前によるパックフラッシュには不通さある。関連コンジット34はまったく不要とある。た記の前頭はは最初の選出しい関連なるがよったもであるけれども、本見明は、本別の新野様の関連といて関連なるがどもの公正とないのも同では最初の選出しい関連なるがどもの公正とないの前頭によりである。







ガス・2のマトグラフィーを先行信託によるよりも裏達におこなうことができ、かつ、対象教質によるタロマトグラレのビータが、有機全分独立の他の成分の以一クでできた技績時間の長い高いビータにそれを整ね合わせることにより不軽明となることのないようにできるガス・20マトグラフィー報度(10)とその方体についてはべる。本美野の企業を面についてはか、それは、遺動した混合物中のもる成分によって生むた程度の経い共物時間の長いビータのとき、あるいはその直域に、ようム(32)を連る流れの方向を逆にして、速った成分を以降の果存人のため熱質変更(14)内に似きこむ点にある。この時点でプロセスを停止すれば、複雑された物質を発成する高い、実績時間の低いビータの遺便を小さくして、その以降の遺性人で、クロットグラムに、本来なら不以明であったはずの背険を表すことができる。

特表平5-502734(8)

国际拨发贸易 P\$7/2001/07:33 Commence of the party of the pa (up time time 55/67,197,208,385 73/23,39,27,31,23,41 Data more yet Septil op stop Dat her propin Data moregalt, sa ske Banks ("March Data from by Propint College Sales State and T tertein. guren a gewahe menen -abb ibb then betreimentetitiete. ... bethär genen. ... V9. A. 3.230.166 COLAY 30 November 1965. ES. A. 4.271.597 HOVERY. JR. 19 Bane 1985. US, 5, 5,274,967 SYMPER 22 June 1901. US, A, 5,477,286 YANG RT AL. 16 October 1985. UE. J. 4,536,159 TORF 2D Angust 1985. 1-13 15. A. \$.505.4A1 STREE ST AL. 28 February 1989. 115. A. 4-663.031 NEMOLEE ET AL. OS SAPLEMBET 1980. The straining and a significant problems and the straining and a significant problems are straining as a significant problems and the straining as a significant problems are strained as a significant problems. The significant problems are strained as a significant problems are strained as a significant problems are strained as a significant problems. The significant problems are strained as a significant problems are strained as a significant problems are strained as a significant problems. The significant problems are strained as a significant problems are strained as a significant problems are strained as a significant problems. The significant problems are strained as a significant problems are strained as a significant problems are strained as a significant problems. The significant problems are strained as a significant problems are strained as a significant problems are strained as a significant problems. The significant problems are strained as a signifi IN MENTINGS (B).
THE MOST SALE LEPTERS, R IN THE HUBBETT SAME 24 DEC 1991 27. ANYTHORN 1991

第1页の続き

心免 明 者 ランキン クリステイン

クレンプ マーケー 食乳 明 者

アメリカ合素図 ミシガンが48104, アン アーバー, ピッツフィ ールド ブールバード 2843 アメリカ合衆国 ミシガン州48108, アン アーバー, ジョナサン コート 2396